

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-185929

(43)Date of publication of application : 14.07.1998

(51)Int.Cl.

G01N 35/08

(21)Application number : 09-323606

(71)Applicant : VERMES MIKROTECHNIK GMBH

(22)Date of filing : 25.11.1997

(72)Inventor : ROSCHER DIETRICH  
KLINGNER HOLGER  
HEUN PETER  
GEBERT NORBERT

(30)Priority

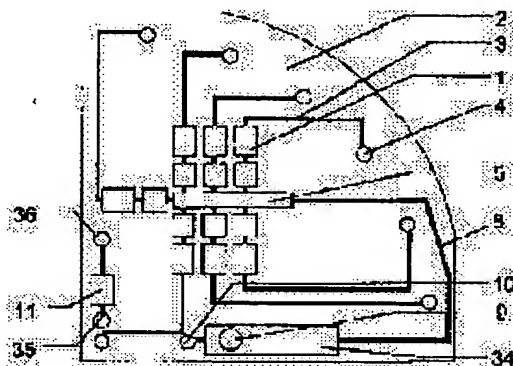
Priority number : 96 19648695 Priority date : 25.11.1996 Priority country : DE

## (54) DEVICE FOR AUTOMATIC CONTINUOUS ANALYSIS OF LIQUID SAMPLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To highly accurately and inexpensively constitute an automatic analyzer by disposing a number of micropumps, mixing chambers and reaction grooves on a wafer.

SOLUTION: Each micropump 1 provided on the silicon wafer 2 of approximately 500  $\mu$ m thick acts on a fluid sample 1 supplied through grooves 3 from an flow inlet 4 by curvature of a piezoelectric element caused by application voltage or the volume flow of a reagent, and a vortex flow is produced in the sample and the reagent introduced in a mixing chamber 5 to mix them. A product mixed in the mixing chamber 5 is transmitted to an evaluation sensor 9 while being reacted in a reaction groove, and property of fluid is evaluated. Another micropump 11, a flow inlet 35 and a flow outlet 36 are provided on the wafer 2, and liquid is supplied to peripheral systems. When the silicon wafer 2 is used, a number of the micropumps 1, the mixing chambers 5 and various analysis evaluation sensors 9 can be disposed, and cost can be reduced.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平 10-185929

(43)公開日 平成10年(1998)7月14日

(51)Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 35/08

G 0 1 N 35/08

E

審査請求 未請求 請求項の数 10

O L

(全7頁)

(21)出願番号 特願平9-323606

(22)出願日 平成9年(1997)11月25日

(31)優先権主張番号 19648695.5

(32)優先日 1996年11月25日

(33)優先権主張国 ドイツ (D E)

(71)出願人 597165146

フェルメス ミクロテヒニク ゲーエムベ  
ーハー

VERMES Mikrotechnik  
GmbH

ドイツ国 デー-99097 エルフルト ハ  
ールベルクシュトラーセ 71

(72)発明者 ディートリヒ ロッシャー

ドイツ国 99099 エルフルト ハイデル  
シュトラーセ 53

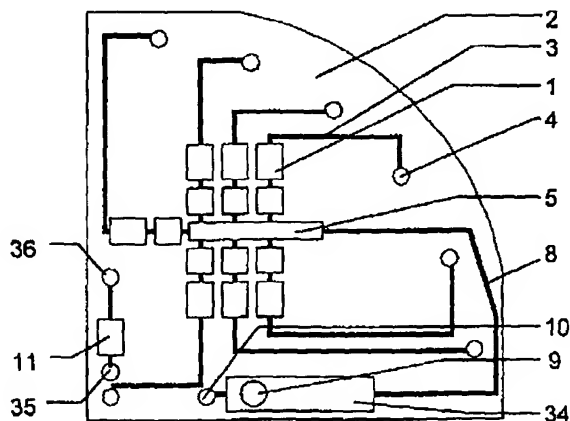
(74)代理人 弁理士 西教 圭一郎 (外4名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液体試料の自動連続分析のための装置

(57)【要約】

【解決手段】 膜ポンプと混合チャンバと連結溝とを共に配置し、一定の試薬を混合して液体試料を自動的に連続して分析する装置および異方性エッチング液により作成された構造物を用いて100方位シリコンウェハ上の固有のセンサによる反応結果の評価。台形の横断面を持つポンプチャンバの前後には、直接V字形または台形の断面を持つ、非線形の流体抵抗を示す溝がある。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ミクロポンプと混合チャンバと反応器とセンサとを用いて種々の試薬を混合して、液体試料を自動的に連続して分析する装置において、ミクロポンプ

(1)と混合チャンバ(5)反応溝(8)と連結溝(14)(15)(17)は共に、結晶格子構造100方位のシリコンウェハ(2)に配置され、その構造は異方性エッチングによって作られ、ポンプチャンバ(13)のひとつまたは複数の流入溝(14)の流体に作用する横断面は、このポンプチャンバ(13)からの流出溝(15)の流体に作用する横断面とは異なり、シリコンウェハ(2)は被覆層(18)によって閉じられていることを特徴とする装置。

【請求項2】 ミクロポンプ(1)は、異なる流体抵抗を有する、台形の断面をもつ矩形のポンプチャンバ(13)と、被覆層(18)と、圧電素子(20)と、流入溝(14)と流出溝(15)とを有することを特徴とする請求項1に記載の装置。

【請求項3】 流入溝(14)の流体は層流と乱流の間で制御されることを特徴とする請求項1および2に記載の装置。

【請求項4】 圧力チャンバ(16)は流出チャンバ(15)を介してポンプチャンバ(13)と連結し、ポンプのアクチュエータ(12)のための差分信号を供給する圧力センサ(21)が、圧力測定チャンバ(16)と混合チャンバ(5)上に設けられていることを特徴とする請求項1～3に記載の装置。

【請求項5】 混合チャンバ(5)は複数のミクロポンプ(1)と連結していることを特徴とする請求項1～4に記載の装置。

【請求項6】 混合チャンバ(5)と評価センサ(9)の間に反応溝(8)が設けられていることを特徴とする請求項1～5記載の装置。

【請求項7】 試料液と試薬の導入が行われるシリコンウェハ(2)はチップ担持体(27)中に埋め込まれていることを特徴とする請求項1～6に記載の装置。

【請求項8】 圧電素子(20)と圧力センサ(21)の接触面に接触するスプリング式電気接点がある担持プレート(31)がシリコンウェハを介して配置されていることを特徴とする請求項1～7に記載の装置。

【請求項9】 シリコンウェハ(2)のための被覆層がガラス層として実施され、陽極ボンディングによってシリコンウェハ(2)と結合されていることを特徴とする請求項1および2に記載の装置。

【請求項10】 ガラス被覆層上に、発光ダイオード(40)と光学素子(41)とが接触して設けられ、セル溝(42)はシリコンウェハ(2)中にエッチングされることを特徴とする請求項1および2に記載の装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、一定の試薬を混合し、液体試料を自動的に連続して分析する装置、膜ポンプと混合チャンバと連結溝との配置および固有のセンサを用いた反応結果の評価に関する。

## 【0002】

【従来の技術】現況の技術においては、一定の単位時間に一定の単位体積を運搬し、化学反応に必要な混合比を確立するという課題のために種々のタイプのポンプや膜ポンプが知られている。

【0003】さらにまた、特に少量の試薬を混合するために設けられたポンプも知られている。その場合マイクロ工学の分野に属する製造技術が利用される。能動素子は、試料または分析のために必要な試薬の搬送を行うマイクロポンプである。このマイクロポンプは駆動装置と弁とを含む。

【0004】引例1(Gerlach, Wurm, TU Ilmenau Design Considerations on the Dynamic Micropump, ACTUATOR 96, sth Intern-Conference o New Actuators, 26-28 Juni, 1996, Bremen)においては、駆動装置として珪素ウェハ中に膜が用いられており、該膜はピエゾバイモルフーシステムとして作成されている。弁は流体の方向依存性のピラミッド形抵抗で、第2の珪素ウェハ中に設けられている。この場合の短所は、正確な位置で互いに連結されることが求められる二つのウェハを用いることである。公差によって正確な配量が達成されない。

【0005】引例2(Bustgens, Bacher, Bier, Ehnes Keydel Mikrostrukturtechnik, ACTUATOR 96, sth Intern-Conference o New Actuators, 26-28 Juni, 1996, Bremen)に記載の他の実施の形態は、二つの担持プレート間に挟まれた弾性膜を弁として用いている。この場合、駆動は加熱と変形によって行われる。この場合も、正確な位置で互いにつなが合わせることが必要な担持部材を複数個作る必要があることが短所となる。膜の加熱は、特定の試薬にとっては制限事項となる。搬送量の制御も難しい。

【0006】引例3(Temmel, Hermes, Kluge, Woias, ACTUATOR 96, sth Intern-Conference o New Aktuator s, 26-28 Juni, 1996, Bremen)に記載の装置も、正確な位置で互いにつなが合わせることが必要な複数の部材が用いられる。

【0007】このシステムは、膜を変形させる静電力によって駆動される。弁は流体の方向依存性の抵抗となるバタフライ弁として作られている。搬送量は制御されるが、その場合製造に高額を要することが短所であり、特に何ダースかのポンプを設けることを考えている場合にはなおさらである。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】したがって、本発明

は、高い精度で作ることができる共通の成形部材中の多数のポンプと弁と混合室と反応室を有する液体試料を自動的に継続して分析するための装置を作することを課題としている。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】この課題は、100方位シリコンウェハ中に、陽極ボンディングによって塗布されたガラス被覆層と共にポンプと弁と混合室と反応器とが配置された構造物を異方性腐食により作ることによって解決される。

【0010】このポンプは、駆動装置としてピエゾバイモルフーシステムを用いており、該システムはガラス被覆層上またはポンプ室底面上に圧電プレートまたは圧電活性層を塗布して作られる。

【0011】ポンプ室は台形の断面を有する矩形をなしている。ポンプ室の前後には直接、断面が三角形または台形の流路があり、該流路は流体の非線形の抵抗になっている。これは、一定の流速Vまで層流が優勢であり、この流速を超えるとこの層流が渦流に変わり、それによって流体の抵抗の急激な変化が起こるという機能をする。

【0012】流入路および流出路の形状は様々であり、したがって線形および非線形流体の開始点は様々である。

【0013】振幅が継続的に変化する連続したパルスによって膜に撓みが生じる場合には、層流から渦流へ変換する時点は様々となる。したがって、装置全体にわたってある体積流量をもたらす方向依存性流体抵抗が時間手段を介して生じることになる。

【0014】パルスが時間の経過とともに上昇するか下降するかによって、一方向または他の方向に体積流量が生じる。搬送する流体の量の正確な配量を行うために、シリコンウェハ中に定義された流体抵抗となる測定流路を、ポンプ室に連結させて設けることができる。測定流路の両端部に生じる流体圧力は測定流路を流れる流体量の基準となる。

【0015】したがって圧力差を、ポンプ周波数またはポンプ振幅の制御変数とし用い、正確な搬送量の調整を行うことができる。

【0016】100シリコンウェハの製造技術に合わせて、台形の断面を有する矩形形状に作られた共通のチャンバの出口側で複数のポンプが動作することができる。このチャンバの非対称な入口側を介して種々の試薬の渦流が生じ、したがって混合と安定した化学反応が引き起こされる。

【0017】混合チャンバは圧力測定のための、または流量測定のための共通の基準ポテンシャルとして用いることができる。混合チャンバの出口側はV字形または台形の断面を有する溝を介して反応器と連結している。流速と溝長は、固有のセンサによる流体の評価の前に充分

な反応時間を実現されるようなものにすることができる。

【0018】本発明は、マイクロポンプと混合チャンバと反応器とセンサとを用いて種々の試薬を混合して、液体試料を自動的に継続して分析する装置において、マイクロポンプ(1)と混合チャンバ(5)反応溝(8)と連結溝(14)(15)(17)は共に、結晶格子構造100方位のシリコンウェハ(2)に配置され、その構造は異方性エッチングによって作られ、ポンプチャンバ(13)のひとつまたは複数の流入溝(14)の流体に作用する横断面は、このポンプチャンバ(13)からの流出溝(15)の流体に作用する横断面とは異なり、シリコンウェハ(2)は被覆層(18)によって閉じられていることを特徴とする装置である。

【0019】また本発明は、マイクロポンプ(1)は、異なる流体抵抗を有する、台形の断面をもつ矩形のポンプチャンバ(13)と、被覆層(18)と、圧電素子(20)と、流入溝(14)と流出溝(15)とを有することを特徴とする。

【0020】また本発明は、流入溝(14)の流体は層流と乱流の間で制御されることを特徴とする。

【0021】また本発明は、圧力チャンバ(16)は流出チャンバ(15)を介してポンプチャンバ(13)と連結し、ポンプのアクチュエータ(12)のための差分信号を供給する圧力センサ(21)が、圧力測定チャンバ(16)と混合チャンバ(5)上に設けられていることを特徴とする。

【0022】また本発明は、混合チャンバ(5)は複数のマイクロポンプ(1)と連結していることを特徴とする。

【0023】また本発明は、混合チャンバ(5)と評価センサ(9)の間に反応溝(8)が設けられていることを特徴とする。

【0024】また本発明は、試料液と試薬の導入が行われるシリコンウェハ(2)はチップ担持体(27)中に埋め込まれていることを特徴とする。

【0025】また本発明は、圧電素子(20)と圧力センサ(21)の接触面に接触するスプリング式電気接点がある担持プレート(31)がシリコンウェハを介して配置されていることを特徴とする。

【0026】また本発明は、シリコンウェハ(2)のための被覆層がガラス層として実施され、陽極ボンディングによってシリコンウェハ(2)と結合されていることを特徴とする。

【0027】また本発明は、ガラス被覆層上に、発光ダイオード(40)と光学素子(41)とが接触して設けられ、セル溝(42)はシリコンウェハ(2)中にエッチングされることを特徴とする。

#### 【0028】

【発明を実施するための形態】本発明の基礎にある概念

を、図において詳細に述べられた実施の形態に基づき以下の説明において詳しく説明する。

【0029】図1はシステムの配置構成の原理を示している。複数のマイクロポンプ1が、約500 $\mu$ m厚の100方位シリコンウェハ2上にある。マイクロポンプ1は溝3を介して流入口4と連結しており、該流入口から流体試料または試薬が供給される。その場合マイクロポンプ1は混合チャンバ5に作用し、該チャンバで導入された試薬の渦流化が起こる。各マイクロポンプ1は約10mm<sup>2</sup>の面積を占め、連結溝は100方位シリコンの特性に制約され、三角形の断面と約100 $\mu$ mの構造深さとを有するように形成され、直角に折れ曲がっている。測定溝17を介する三角形の断面を有する矩形的混合チャンバ5への流入は、横方向側面6で流体試料が導入され、両長手方向側面7で添加されるべき試薬が少量供給される。混合チャンバ5から、混合生成物は比較的長い反応溝8を介して、シリコンウェハ2の直接上に配置された、または他の実施例ではシリコンウェハ2の外側で流出口10に続いて配置された、流体の定められた特性について評価する評価センサ9に送られる。反応溝8の長さは、評価センサ9によって行われる価の前の体積流の速度と関連した混合生成物の必要な反応時間によって定まる。また別のマイクロポンプ11を、別の流入口35および流出口36と共にシリコンウェハ2上に設けて、たとえば、設備周辺にあるシステムに液体を供給してもよい。

【0030】直径4インチのシリコンウェハ(図2)を用いる場合、多数のマイクロポンプ1と混合チャンバ5と種々のタイプの分析方法のために組込まれる評価センサ9とを配置することができる。この実施の形態においては、4つの方法A1~A4がただ一つのシリコンウェハ2で実現される。この場合、各方法は自由になる面の1/4を使用する。この分析システムの構造は、図1に示したように、通常のものとすることができ、コスト面で本質的に不利になることなく重複させて実施することができる。必要とされないマイクロポンプ1は供給口4で遮断される。

【0031】各マイクロポンプ1の構造は図3の平面図に示されている。実際のポンプチャンバ13は矩形である。流入溝14および流出溝15は異なる横断面を有している。流出溝15は圧力測定に用いられる別の圧力測定チャンバ16に通じている。圧力測定チャンバ16から、測定溝17は実質的な混合チャンバ5までを連絡する。図4の断面図はポンプシステムの構成を示している。すべてのチャンバ13、5および連結溝3、8、17は異方性深部エッチングによって作られる。これらが配置された全体は、シリコンウェハ2と陽極結合によって密に結合された約150 $\mu$ m厚のガラス被覆層18によって覆われる。ガラス被覆層18上には圧電素子20のボンディングのための電気条導体19がある。ガラス

被覆層18上に貼り付けられた圧電素子20は、ガラス被覆層と共に、電圧を印加した場合、湾曲し、したがってポンプチャンバ13内の体積流に作用を及ぼすバイモルフシステムとなる。ガラス被覆層18上には測定チャンバ16を介して、圧力測定チャンバ16内の圧力に依存して生じる湾曲を測定して、電氣的に評価できる信号に変換する圧力センサ21が設けられている。有利なことに、この圧力センサ21はビエゾ抵抗層内に設けられている。

【0032】流入溝14および流出溝15は、体積流に対する流体抵抗として作用する。この流体抵抗のマイクロ領域における特徴は、一定の流体速度において、層流が渦流に転換するという点にある。図5に示したように、流体抵抗は、値 $R_1$ から $R_c$ に急激に上昇する。流入溝14と流出溝15の異なる配置のために、 $R_1$ から $R_c$ への移行は色々な流体速度において生じる。圧電素子20が比較的急な側面によって制御される場合には、ポンプチャンバ13に、高速で流体をガイドする急激な体積の変化が生じる。横断面が比較的小さな流入溝14内では、この流体は急激な抵抗の上昇にいたる一方、流出溝15内の流体抵抗はおおむね一定である。ポンプチャンバ13内で作られる液体流は、流体抵抗に応じて様々に分配される。比較的大きな成分は、図3に従った実施例においては、流出溝15を流れる。圧電素子20とガラス被覆層18から形成されたバイモルフの逆送りは、比較的平らなパルス側面によって行われる。ポンプチャンバ13内の体積の変化は、それに応じてゆっくりとしている。ここでも流体抵抗がほぼ一定となるように、流入溝14内の流れが乱流になることは避けられる。したがって、ここでも体積流の比較的大きな成分が、逆向きの符号で流出溝15を流れるけれども、体積流の分配は、ポンプチャンバ13の体積の変化が速い場合とは別のものである。しかしながら、図6に示したように、鋸歯状制御パルスの全長にわたって、液体流の優勢な方向はポンプの作用と同じ意味をもっていることが明らかとなる。

【0033】測定チャンバ17はどの場合においても渦流への移行が起こらないような寸法にされる。したがって、体積流に依存して、流れる量の尺度でもある差圧が生じる。特別に作られた圧力測定チャンバ16がガラス被覆層18の湾曲化を記録する。測定チャンバ17に続く混合チャンバ5はガラス被覆層18上に、二つの差圧を表わす信号22、23を自由に使用することができるように、湾曲化を記録する圧力センサ21を有している。

【0034】図7に示すように、これらの両信号22、23は互いに比較され、生じる差分信号24は、マイクロポンプ1の動作のためのアクチュエータ12に送られる信号に変換される。この差分信号24は、電圧振幅の変化か、または圧電素子20に与えられる信号の周波数の変化を引き起こす。このようにして、環境条件が変化する場合においても分析プロセスのための試薬を正確に配

量することができる制御回路ができる。

【0035】図8は、試料の実施の形態において6種までの試薬を添加することができる混合チャンバ5の構成を示している。

【0036】また、光学特性の評価を実施する場合にも、そのために必要なセルをシリコンウエハ2中に集積することは有利である。図9は、発光ダイオード40の光のオン、オフが、セルチャンバ42中で反応生成物の消光を測定するために行われる実施の形態を示している。その場合、傾斜したチャンバ壁37、チャンバ床38、ガラス被覆層18における反応が利用される。スペクトル選択度は、光学路内のスペクトルフィルタ39、たとえば干渉フィルタを作動させることによって達成することができる。光の測定は、好適にはフォトトランジスタとして実施される光素子41によって行われる。

【0037】この分析システムの全配置にとって、シリコンウエハ2の上面25を電気信号の接点のために利用し、該ウエハの下面26を試料または試薬の導入のために利用することは目的にかなっている。図10に示されているように、さらに、ウエハ2がチップ担持体27上に、たとえば接着剤28によって取付けられる。図10に示すように、チップ担持体は、対応の貯蔵容器30と連結した、機械的に固定して取付けられたカニユーレ29を含んでいる。シリコンウエハ2の上面には、圧電素子20または圧力センサ21の接触面33にスプリングで作用する電気接点32のための、少し間隔をもって配置された担持プレート31がある。このような方法で敏感なシリコンウエハ2が防護される。このような全体的配置によって、過酷な環境条件下での使用が可能とな

る。

【0038】上記において、選択された特徴をもとに本発明を説明した。本発明がこの説明に制限されないことはもちろんであり、すべての特徴を、そのみにおいて、または任意に組み合わせて適用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】分析システムの全体を示す図である。

【図2】複数の検出部を有する分析システムを示す図である。

【図3】マイクロポンプ構造を示す平面図である。

【図4】マイクロポンプ構造を示す側面図である。

【図5】流体抵抗の推移を示す図である。

【図6】時間に関する体積流の推移を示す図である。

【図7】配量制御システムを示す図である。

【図8】混合チャンバ概略図である。

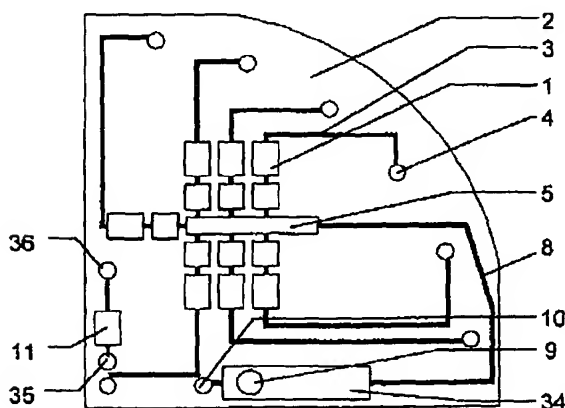
【図9】図9(a)は反応生成物の光学的評価であり、図9(b)は図9(a)に従った側面図である。

【図10】流体の供給を示す断面図である。

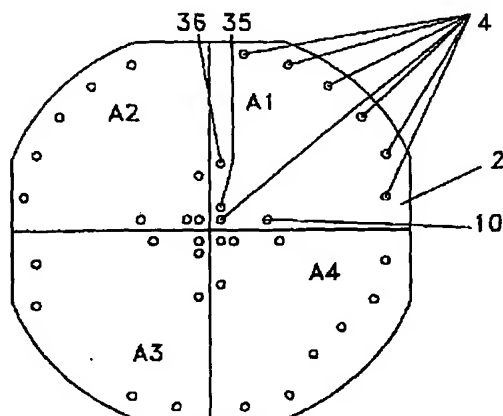
【符号の説明】

- 1 ミクロポンプ
- 2 シリコンウエハ
- 3 溝
- 4, 35 流入口
- 5 混合チャンバ
- 8 反応溝
- 9 評価センサ
- 10, 36 流出口
- 11 マイクロポンプ

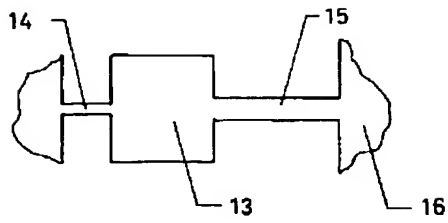
【図1】



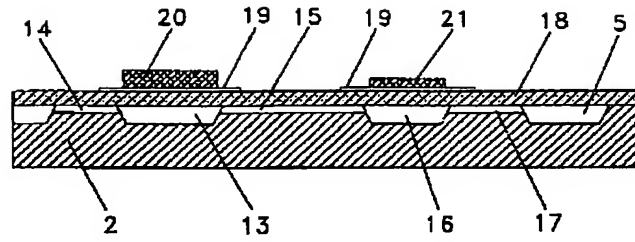
【図2】



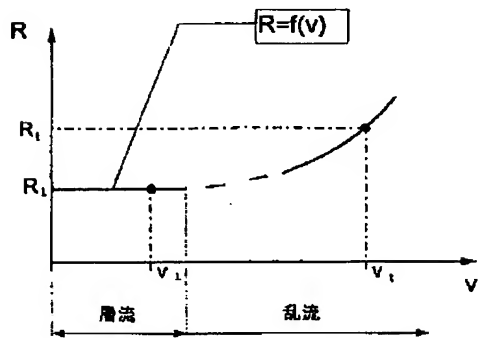
【図3】



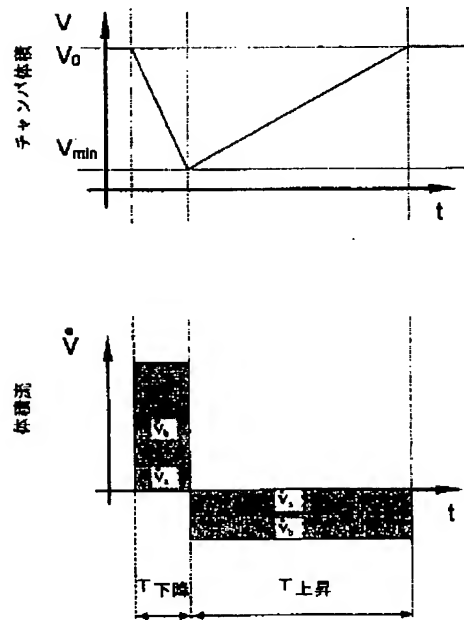
【図4】



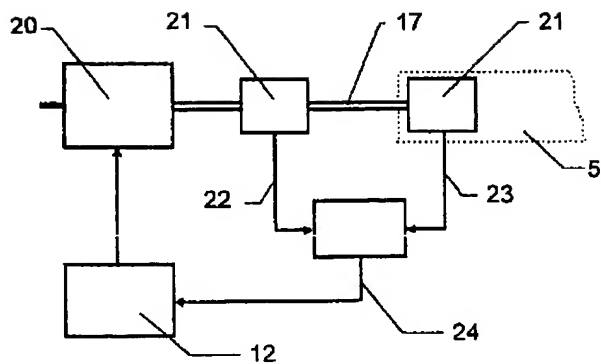
【図5】



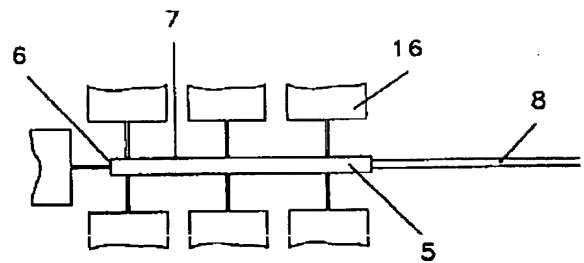
【図6】



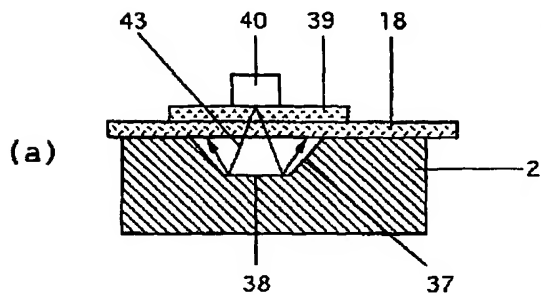
【図7】



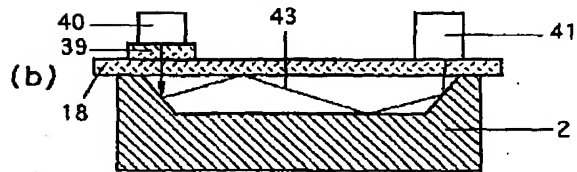
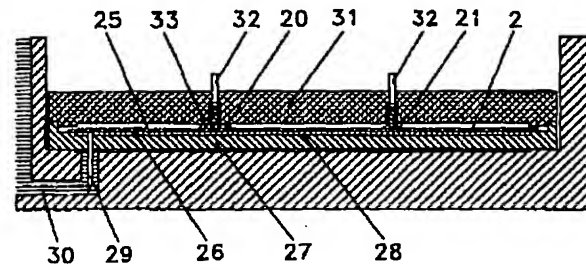
【図8】



【図 9】



【図 10】



フロントページの続き

(71)出願人 597165146  
 Haarbergstrasse 71 D  
 -99097 Erfurt Germany  
 (72)発明者 ホルガー クリングナー  
 ドイツ国 99096 エルフルト アム シ  
 ユタットバルク 26

(72)発明者 ベーター ホイン  
 ドイツ国 99099 エルフルト ブランケ  
 ンハイナー シュトラーセ 8  
 (72)発明者 ノルベルト ゲベルト  
 ドイツ国 99195 シュヴァンゼー フェ  
 ルトシュトラーセ 8